## (19) 世界知的所有権機関 国際事務局



# 

(43) 国際公開日 2004年9月10日(10.09.2004)

PCT

# (10) 国際公開番号 WO 2004/076100 A1

(51) 国際特許分類7:

B22F 3/10

(21) 国際出願番号:

PCT/JP2003/016155

(22) 国際出願日:

2003年12月17日(17.12.2003)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

日本語

(30) 優先権データ:

特願2003-46661

2003年2月25日(25.02.2003)

特願2003-46690 2003年2月25日(25.02.2003)

(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 独立 行政法人産業技術総合研究所 (NATIONAL INSTI-TUTE OF ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY) [JP/JP]; 〒100-8921 東京都 千代田区 霞が関一丁目3番1号 Tokyo (JP).

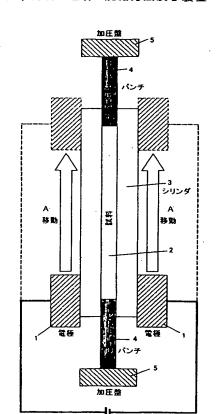
(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 多田 周二 (TADA,Shuji) [JP/JP]; 〒983-8551 宮城県 仙台市 宮 城野区苦竹4丁目2番1号 独立行政法人産業技 術総合研究所 東北センター内 Miyagi (JP). 孫 正明 (SUN,Zheng Ming) [CN/JP]; 〒983-8551 宮城県 仙台 市 宮城野区苦竹 4 丁目 2 番 1 号 独立行政法人産業 技術総合研究所 東北センター内 Miyagi (JP). 橋本 等 (HASHIMOTO, Hitoshi) [JP/JP]; 〒983-8551 宮城県仙 台市 宫城野区苦竹 4 丁目 2 番 1 号 独立行政法人産 業技術総合研究所 東北センター内 Miyagi (JP). 阿部 利彦 (ABE, Toshihiko) [JP/JP]; 〒983-8551 宮城県 仙台 市 宮城野区苦竹 4 丁目 2 番 1 号 独立行政法人産業 技術総合研究所 東北センター内 Miyagi (JP).

/続葉有/

(54) Title: SINTERING METHOD AND DEVICE

(54) 発明の名称: 焼結方法及び装置



- A...MOVEMENT
  - 3.. CYLINDER 4...PUNCH
- 1...ELECTRODE 2...SAMPLE
- 5 PRESSING DISK

(57) Abstract: A method of sintering, by direct passage of electricity and pressing, powder in a mold having a cylindrical forming space, the method being characterized in that sintering is continuously effected while relatively moving an electricity passing portion and a sintering subject; and a sintering device characterized in that the vertical position of the electricity passing electrodes is unchanged and the mold and the sintering subject are successively moved with respect to the electricity passing electrodes, so as to effect continuous sintering. A sintering method and a sintering device that are superior in sintering ability are provided wherein even if the sintered body is in the form of a long-sized rod or has an uneven cross-section, the sintered body is uniform in quality.

(57) 要約: 筒状の成形空間を有する型内で粉末を直接通電加圧焼結する方 法において、通電部分と被焼結部位とを相対的に移動させながら連続的 に焼結することを特徴とする焼結方法及び通電用電極の上下位置を不変 にすると共に該通電用電極に対して型と被焼結部位を順次移動させ、連 続的に焼結することを特徴とする焼結装置。長尺の棒材又は断面が一様 でない焼結体であっても、焼結体の品質が均一であり、焼結性に優れた 焼結方法及び焼結装置を提供する。

**WO 2004/076100**. AJ

(74) 代理人: 小越勇 (OGOSHI;Isamu); 〒105-0002 東京都 港区 愛宕一丁目 2番 2号 虎ノ門 9 森ビル 3 階 小越 国際特許事務所 Tokyo (JP).

7:28

- (81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特

許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### 添付公開書類:

- 一 国際調査報告書
- 補正書・説明書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

10/541641 JC14 Rec'd PCT/PTO 07 JUL 2005

1

明細書

焼結方法及び装置

技術分野

本発明は、金属、セラミックス等の被焼結材料の加熱部位を特定位置に限定しながら、被焼結材料と加熱部位とを相対的に移動させることにより直接加圧通電し、短時間で材料を焼結する方法及び装置に関する。本発明は、長尺の棒材や断面が一様とならない焼結体を得るのに好適な製造方法及び装置を提供するものである。

直接通電による加圧焼結法によれば、被焼結材をきわめて高速に昇温できるため、雰囲気加熱による従来の焼結手法と比較して製造時間の大幅な短縮が可能である。

一般に、従来の直接通電による加熱焼結法は、被焼結体の軸方向の 両端に通電加熱用の電極を配置して加圧すると同時に加熱する手法が取ら れている(例えば、特開2000-239707号公報参照)。

しかしながら、このような直接通電による加熱では、通電経路における両者の接触部分での発熱量が、他の被焼結粉末の部位に比べて特に大きくなるため、電極接触面から焼結材料中央部(電極から離れた位置)へ向かって、温度勾配が発生する。

したがって、棒材のように通電経路が長い焼結製品を製造する場合 には材料全体を均一な温度で焼結することがきわめて難しいという問題が ある。

また、通電経路に対して焼結体の断面が長さ方向に一様とならない部材(すなわち断面積が変化する部材)では、通電経路に垂直な断面の面積差によって電気抵抗が変わるため、発熱量が変化して均一な焼結体が得られないという問題がある。

したがって、従来の直接通電による加圧焼結法では、ある長さ以上 を有する棒材ならびに段付の部材など断面が一様でない焼結体を、均一な 材質をもつ製品に製造することが難しいという問題があった。

このようなことから、従来の被焼結体の軸方向の両端に通電加熱用の電極を配置して加圧する替わりに、被焼結体の側面に電極を配置し加熱する方法が提案されている(例えば、特開平10-259405号公報参照)。しかし、この場合電極及び焼結体は固定された位置で行われているので、長尺のものを連続的に焼結することはできない。

また、連続的に焼結するという観点からみると、被焼結粉末をロールに挟んで薄板をロール状の電極で通電加熱する提案もある(例えば、特開平9-268302号公報参照)。しかし、この場合薄板を製造することだけに限定され、他の形状の部品を焼結できないという問題がある。

# 発明の開示

本発明は、かかる事情に鑑み、長尺の棒材又は断面が一様でない焼結体であっても、焼結体の品質が均一であり、焼結性に優れた焼結方法及び装置を提供するものである。

本発明は、棒状又は断面が一様でない焼結体を得るために研究を重ねた結果、被焼結材料の加熱する部分(位置)を制限(限定)し、被焼結材料と通電部とを相対的に順次移動させながら焼結を行うことにより、この目的を達成し得ることを見いだした。

すなわち、本発明は、上記知見に基づき、

1. 筒状の成形空間を有する型内で粉末を直接通電加圧焼結する方法において、通電部分と被焼結部位とを相対的に移動させながら連続的に焼結することを特徴とする焼結方法

- 2. 筒状の型内に配置した焼結粉末材料を型の端部から加圧するとともに、型の周囲に該型の長さ方向に移動可能な電極を配置し、焼結粉末材料に通電加熱して焼結することを特徴とする上記1記載の焼結方法
- 3. 焼結粉末材料を型の両端部から加圧することを特徴とする上記2記載の焼結方法
- 4.型の周囲に密着しかつ一軸上で自由に動く空間部を有する電極の接続端子板を設け、該接続端子板によって通電部位を移動させて焼結することを特徴とする上記1~3のいずれかに記載の焼結方法
- 5. 固定した筒状のダイスの周囲に固定電極を配置し、該ダイス内に焼結 粉末材料を装入して通電加熱焼結すると共に、ダイスの一方から原料粉末 を押圧し、かつそれによって焼結された焼結体をダイスの他方から押出し て順次焼結することを特徴とする上記1記載の焼結方法
- 6. 焼結粉末材料を一方向に焼結することを特徴とする上記1~5のいずれかに記載の焼結方法
- 7. 長尺の焼結粉末材料を焼結することを特徴とする上記1~6のいずれかに記載の焼結方法
- 8. 加熱部位を設定しながら断面が一様でない材料を焼結することを特徴とする上記1~7のいずれかに記載の焼結方法を提供する。

本発明は、また上記知見に基づき、

- 9. 通電部分と被焼結部位とを相対的に移動させながら筒状の成形空間を有する型内で粉末を直接通電加圧焼結する装置において、型と被焼結部位を順次移動させる位置制御が可能な昇降ラムを備えていることを特徴とする焼結装置
- 10. 筒状の型内に配置した焼結粉末材料を型の一端部から加圧する荷重制御可能な加圧ラムを備えていることを特徴とする上記9記載の焼結装置

- 11.型の周囲に配置した通電用電極を押圧するか又は通電板を介して押圧する電極ラムを備えることを特徴とする上記9又は10記載の焼結装置 12.焼結粉末材料を一方向に焼結することを特徴とする上記9~11の いずれかに記載の焼結装置
- 13. 長尺の焼結粉末材料を焼結することを特徴とする上記 9~12のいずれかに記載の焼結装置
- 14. 加熱部位を設定しながら断面が一様でない材料を焼結することを特徴とする上記9~13のいずれかに記載の焼結装置を提供する。

## 図面の簡単な説明

図1は、本発明の原料を固定して電極を移動させて長尺の焼結体を製造する方法に使用する装置の一例を示す概略説明図、図2は、本発明の、電極及びダイスを固定して焼結用粉末原料を移動させて長尺の焼結体を製造する方法に使用する装置の一例を示す概略説明図、図3、本発明の、長尺の焼結体を製造するために使用する装置の一例を示す概略説明図、図4は、電極接続端子板を介して通電したときの型の温度分布測定方法を示す説明図、図5は、電極接続端子板を介した通電時の温度分布測定結果を示す図、図6は、実施例2で使用した焼結方法の装置の概要を示した図、図7は、実施例2の焼結条件において、熱電対12が存在する位置の加熱部の断面図、図8は、加圧軸から通電経路を分離して加熱を行ったときの型(シリンダ)の温度変化を示す図、図9は、実施例2により得られたアルミニウム焼結品の密度に及ぼす焼結温度の影響について示した図、図10は、通電経路すなわち加熱部位を動かしながら焼結する方法の概略を示す図、図11は、実施例4に示す段付き部品の焼結例を示す断面概略説明図である。

また、図12は、径が変更される部品(テーパ部品)の焼結例を示す断面概略説明図、図13は、本発明の静止ステージとスペーサを使用して長尺の焼結体を製造するために使用する装置の一例を示す概略説明図、図14は、図13においてスペーサを2枚使用して長尺の焼結体を製造する様子を示した概略説明図、図15は、図14においてスペーサを4枚追加使用して長尺の焼結体を製造する様子を示した概略説明図、図16は、図15の焼結後、部分的に焼結した型を反転させて最後の焼結を行う長尺の焼結体を製造する様子を示した概略説明図である。

## 発明の実施の形態

本発明においては、公知の通電加圧焼結法を基に、従来は被焼結材料と焼結空間を備えた型とを一体として全体的に加熱していたものを、通電部分を型の特定位置に限定し、被焼結部位と加熱部分とを相対的に移動させながら一方向へ連続的に焼結していくことによって、焼結品質が良好な棒状又は断面が一様でない焼結部材を製造する方法を開発した。

原料を固定して電極を移動する場合を図1に、電極を固定して原料を 移動させる場合を図2にそれぞれ概略を示す。

図1に示すように、原料を固定して電極側を移動する場合には、まず加熱したい部分に相当する厚みをもつ電極接続端子板(可動電極)1を、原料粉末2充填用の筒形の型(シリンダ)3の外壁に密着させ、かつ一軸(筒形の型の)上で自由に動くように配置する。

一方、充填された焼結用粉末2は、型の内部でパンチ4により両端から加圧される。符号5は加圧盤である。この状態で、粉末を加圧しながら可動電極1に通電し、所望の温度および速度となるように制御しながら電極1を移動させる。これによって、棒状若しくは断面が一様でない焼結体が得られる。

一方、図2に示すように、焼結用原料2を移動する場合には、電極1 に接続したダイス6に通電し、所望の温度に制御したところで原料粉末2 をプッシュロッド10により加圧し送り込む。

このとき、出口側には回転抵抗をもったロール7や内径を通電するダイス6よりも若干小さくした2次ダイス的なもの(図示せず)などを設置することにより、焼結品9の進行に対して抵抗が生ずる措置を講じて、原料粉末を加圧する。

以上の方法によって、焼結品の均一性に優れた棒状若しくは断面が一様でない焼結製品を得ることができる。

また、本発明の装置は、図3に示すように、被焼結粉末29を充填する筒状の成形空間を有する型23を有し、該型23の成形空間の内径と同寸法の外形を有するパンチ24、25を型23の両端部(上下端部)に配置し、このパンチ24により型内の被焼結粉末29を押圧する構造とすることができる。

下パンチ25は通常固定式であり、上パンチ24によってより型内の 被焼結粉末29を押圧する(負荷を与える)構造であるが、下パンチ25 を移動する構造とすることもできる。上パンチ24は加圧用ラム21によ り加圧する。図3に示すように、加圧盤33を介して加圧用ラム21によ り加圧する構造とすることもできる。

下パンチ25は移動可能な昇降ステージ34を介して昇降用ラム22 に支持されている。昇降ステージ34は筒状の成形空間を有する型23を 支持する構造とし、その昇降によって成形空間を有する型23の高さを調 節する。

型23内の被焼結粉末に通電加熱する電極28は、水平方向に移動できるように設計されている。これは電源からの通電装置の機構を複雑にしないために必要である。

さらに、電極28の通電部を型に押圧する電極加圧ラム30を備える。 図1に示すように、左右に一対の電極加圧ラム30を有する。電極28は 型23に対して通電板26を介して押圧する構造とすることができる。

この通電板26は、焼結用原料粉末29の加熱領域27に相応する幅を有している。通電板26を持たずに直接電極28を使用して通電する場合は、電極28そのものが同様の幅を持つように設計する。

図3において、通電板26は左右から型を挟む構造となっているが、 これに替えて、型23の長手方向に自由に移動でき、かつ型23に密着す るリング通電リングを用いることもできる。この場合も、同様に焼結用原 料粉末29の加熱領域に相応する幅を有している。

上記の装置において、筒状の成形空間を有する型23内に粉末29を装填し、さらに昇降ステージ34を一旦固定して高さ位置を調節した後、型23の上端部から加圧する上パンチ24により原料焼結粉末29を押圧する。

一方、通電用電極28の位置を原料焼結粉末29の焼結部分に位置合わせして上下の位置を設定すると共に通電を開始する。通電焼結は短時間で実施される。長尺の棒状材を焼結する場合、ステージ位置の調整は段階的に又は連続的に行うこともできる。また通電を行いながら又は通電を断続させてステージ位置を調整するもできる。

すなわち、ステージ位置を段階的に又は連続的に任意に調節し、また 同時に通電を行いながら又は通電を断続させて、型23の一端部から加圧 するパンチ24により原料焼結粉末29を押圧し焼結を行うことができる。

これによって、長尺の棒材であっても、型23の上端部から被焼結部位を順次移動させながら、段階的に順次(連続的に)焼結することができる。

また、自由に設定可能なステージ昇降ラム22の位置に連動させながら、電極28に通電する電流及び加圧ラム21による負荷を調節することにより、長尺材の任意の位置を任意の温度に、加圧力を制御しながら焼結することができる。

また、被焼結材料における断面形状(電気抵抗)が変化しても、加熱領域を小さくすれば形状変化に伴う各位置での発熱量の差の絶対値は小さくなる。したがって、焼結の良否に影響を及ぼさない程度まで加熱領域を決定する通電板 2 6 の厚み t を十分薄くすれば、断面が一様でない部材でも良好に焼結することができる。

以上のように、焼結粉末原料29の部分ごとに、電気抵抗に合わせたきめ細かく電流値の制御が可能である。

本焼結方法は、焼結粉末材料29を一方向に焼結することが可能であり、 上記のように、長尺の焼結粉末材料29を焼結することも容易にできる特 徴を有する。また、加熱部位を設定しながら断面が一様でない材料を焼結 すること、例えば小径部と大径部を有する棒状体、即ち段差のある棒状体 も容易の焼結することができる。

すなわち本発明は、比較的簡単な装置構造により、長尺又は異形の棒状 材を容易に焼結することができる著しい特徴を有している。

#### 実施例

次に、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなんら限定されるものではない。すなわち、本発明の技術思想の範囲で、本実施例以外の態様あるいは変形を全て包含するものである。

### (実施例1)

図4に示すように、原料粉末となるアルミニウムを充填した型に厚さ t=10.0mmのグラファイト製電極接続端子板11を取り付け、これ に通電したときの接続端子板11からの距離に対する温度分布を測定した。

実施例1により測定した温度分布の結果を図5に示す。電極接続端子板11から離れるにつれ温度は低下することがわかる。この結果から、本発明によって、任意の限られた領域のみを焼結温度まで加熱できることが分かる。

被焼結材料における断面形状(電気抵抗)が変化しても、加熱領域を 小さくすれば形状変化に伴う各位置での発熱量の差の絶対値は小さくなる。 したがって、焼結の良否に影響を及ばさない程度まで加熱領域を決定する 電極接続端子板11の厚み t を十分薄くすれば、断面が一様でない部材で も良好に焼結することができる。

また、電極接続端子板11からはずれる領域では発熱が生じないため、端子板でカバーされた部分の温度よりも高くなることはなく、原料が過熱したりあるいは溶解したりすることはない。

## (実施例2)

図 5 に示すように、外径  $\phi$  3 0 mm、内径  $\phi$  1 5 mm、長さ L=1 6 0 mmのグラファイト製シリンダ型の中に、平均粒径 2 0  $\mu$  mのアルミニウムを 3 . 8 2 g充てんし、長さ 8 0 mmのグラファイト製パンチで上下から押さえる。

このシリンダに、中央に $\phi$ 30mmの穴をあけた一辺の長さが70mmで厚さ、 $t=10.0\sim13.2mm$ のグラファイト製の電極接続用端子板(穴あき角板)11を側壁に密着するように嵌め込む。熱電対12が存在する加熱部の断面図を図7に示す。

この場合、電極接続用端子板(穴あき角板) 11の材質をシリンダと同質の材料を使用する。これによってシリンダまで電流が流れ、さらにシリンダ内の原料粉の電気抵抗が小さい場合には、原料粉が通電により加熱される。また、原料粉の電気抵抗が大きい場合はシリンダが発熱し、原料粉が間接的に加熱され焼結される。

なお、電極接続用端子板11を分割してシリンダに密着させてシリンダ又はその中にある粉末に通電して加熱する方法を採ることもできる。特に通電加熱方法に制限されず、いずれの方法も使用することができる。

端子板11には電極1を取り付け、加圧軸とは垂直方向に通電できるようにする。また、型(シリンダ)3中央部には電極接続用端子板(角板)を貫通して深さ7mmの穴をあけ、熱電対12を差し込むことによって温度の制御およびモニタリングに利用した。

上記準備を行った後、約10kNの荷重で加圧しながら、電極間に通電することによって型(シリンダ)中央部を580°C $\sim640°$ Cまで加熱し、焼結を行った。

上記実施例2における型(シリンダ)の温度変化について測定した結果の一例を図8に示す。実線で示した設定温度(制御用熱電対に対応)に対し、被焼結材料をはさんだ反対側の温度もほぼ一致していることがわかる。

すなわち、型(シリンダ)にはめ込んだ電極接続用端子板11を介して通電を行った場合でも、被焼結材2を所望の温度に制御できることが分かる。

また、実施例2により得られたアルミニウム焼結品の密度について調べた結果を図9に示す。

この図9ら焼結温度の上昇とともに密度は高くなり、640°Cでほば緻密化することがわかる。この結果より、通電経路を加圧軸から分離しても良好な焼結体を得られることが明らかである。

電極を接続した端子板は型(シリンダ)にはめ込んであるだけなので、シリンダ長手方向に対して自由に移動させることができる。したがって、端子板を動かしながら焼結を実行すれば、長尺の均質な焼結体を製造することができ、本発明を遂行できることができる。

### (実施例3)

図10に示すように、実施例2に示した焼結手法に準じ、アルミニウムを9.54g充てんし、グラファイト製端子板を1番の位置から3番の位置まで順次動かしながら、それぞれの位置で通電加熱し焼結を行った。

実施例3により得られたアルミニウム焼結品の密度について調べたところ、相対密度で99%以上の値が示された。移動する距離を長くすれば、さらに長い製品の製造も可能である。よって、本方法により、緻密性に優れた棒状の焼結品を製造できることが明らかである。

次に、加熱部位を設定しながら断面が一様でない材料を焼結する一例として、図11に示すような段付き部品の焼結を考えると、この例は径の大きい部分と径の小さい部分からなる段付きの焼結品を焼結する場合であり、まず大径部分13の焼結を行う場合には、電極接続用端子板11を原料粉末の大径部分13に設置する。この場合、電極接続用端子板11が小径部分14の原料粉末に掛からないようにする。

通電領域は図11の上方の図に示すように、斜線で示す加熱領域15 である。これによって大径部分13に位置する粉末は加熱され焼結する。

次に、電極接続用端子板11を小径部分14に移動させ、同様に通電加熱し焼結する。通電加熱部は図11の下方の図における中央加熱領域16である。この場合、電極接続用端子板11は大径部分13に掛からないようにする。

それぞれの位置で、電気抵抗に合わせた通電を独立して行うことができる。これによって、段付き部分でも均一に通電焼結できる。なお、電極接続用端子板11の移動中は、通電を停止しても良いし、また保温程度の電流を流しても良い。これは任意に設定できる。

また、図12に示すように、テーパ部を有する材料であっても、加熱 領域を決定する電極接続端子板11の厚み t を発熱量の差が焼結の良否に 影響を及ぼさない程度まで十分薄くすることにより、良好な焼結品を製造 することが可能となる。

## (実施例4)

図13に示すように、直径 φ15 mmの穴をあけた外寸40 mm角、長さL=100 mmのグラファイト製シリンダ型3に対し、長さ10 mmのパンチ5をシリンダ3の下端からはみ出さないように差し込み、平均粒径20μmのアルミニウム粉末9を26.0g充てんして焼結試験用のサンプルを準備した。

このサンプルをシリンダ3の下端から電極8の中心までの距離が80mmとなるよう高さを調整してステージ上に立て、電極8の中央に取り付けた高さ30mm×幅40mmの通電板6で挟んだ。

シリンダ3上部に長さ40mmのパンチ4を取り付け、900kgf の荷重で圧粉した。この状態で電極8間に通電し650°Cまで加熱した。 なお、温度制御に際し、シリンダの下端から80mmの高さにある側面中 央にあけた深さ12.0mmの穴に差し込んだ熱電対により温度測定を 行った。

続いて、図14に示すように、ステージ上に厚さ10mmのスペーサを2枚おき、シリンダの位置を20mm上げると同時に、熱電対の位置を20mm下げ(電極の中心線上)、上記と同様の手順により2回目の加熱を行った。

これを続いて2回繰り返し、合計4回の加熱を行って棒状焼結品とした。なお、4回目の加熱については、図16に示すように、使用した装置におけるチャンバ寸法の関係で、ステージ上に60mm分のスペーサを挿入することができなかったためシリンダを上下反転させて行った。

この実施例により、長さ約55mmのアルミニウム焼結品を得ることができた。この焼結品の密度について調べたところ、相対密度で99.7%という値が得られた。

この結果は、焼結品の密度として十分な数値を示すものであり、本発明によって良好な棒状の焼結品が得られることが確認できた。なお、必要に応じて、図15のように、スペーサ4枚を追加使用することも可能である。

装置のスケールアップを図り、型(シリンダ)3をより長く動かせるようにすれば、加熱の回数を増やすことによってさらに長い焼結品を製造することができる。

また、加熱領域を小さくとり、部分ごとの電気抵抗にあわせた電流値の制御を行えば、断面形状が変化しても一定の温度で焼結することが可能である。したがって、本発明により良好な長尺物ならびに断面形状が一様でない部材の焼結による製造が可能である。

なお、実施例ではアルミニウムについてのみ行ったが、アルミニウム 材料に制限されるものではない。他の金属やセラミックスなどの粉末にも 十分適用できる。

# 産業上の利用可能性

本発明は、原料と電極とを相対的に移動させながら焼結する方法を提案するものであり、製品全体を一度に焼結する必要がないため加熱する領域を小さくすることができるという効果がある。また、型に取り付けた電極接続端子板を通して通電するので、電極接続端子板の厚さに相当する部分にだけ発熱が生ずる。したがって、電極接続端子板の厚みを被焼結材料の断面が一様である範囲にまで薄くすれば、その位置における被焼結材料の発熱は均一となる。

これにより、焼結時の温度むらが抑制され、品質に優れた長尺焼結体又は断面形状が一様でない部材の焼結体の製造が可能となる著しい効果を有する。

また、原料粉末を逐次供給する方法を適用することによって、棒材の連続的な製造が可能となる。その結果、従来のバッチ的生産手法と比べて、焼結部材にかかる生産性の大幅な向上が期待できるという優れた効果を有する。

### 請 求 の 範 囲

- 1. 筒状の成形空間を有する型内で粉末を直接通電加圧焼結する方法において、通電部分と被焼結部位とを相対的に移動させながら連続的に焼結することを特徴とする焼結方法。
- 2. 筒状の型内に配置した焼結粉末材料を型の端部から加圧するとともに、型の周囲に該型の長さ方向に移動可能な電極を配置し、焼結粉末材料に通 電加熱して焼結することを特徴とする請求の範囲第1項記載の焼結方法。
- 3. 焼結粉末材料を型の両端部から加圧することを特徴とする請求の範囲第2項記載の焼結方法。
- 4. 型の周囲に密着しかつ一軸上で自由に動く空間部を有する電極の接続端子板を設け、該接続端子板によって通電部位を移動させて焼結することを特徴とする請求の範囲第1項~第3項のいずれかに記載の焼結方法。
- 5. 固定した筒状のダイスの周囲に固定電極を配置し、該ダイス内に焼結 粉末材料を装入して通電加熱焼結すると共に、ダイスの一方から原料粉末 を押圧し、かつそれによって焼結された焼結体をダイスの他方から押出し て順次焼結することを特徴とする請求の範囲第1項記載の焼結方法。
- 6. 焼結粉末材料を一方向に焼結することを特徴とする請求の範囲第1項 ~第5項のいずれかに記載の焼結方法。
- 7. 長尺の焼結粉末材料を焼結することを特徴とする請求の範囲第1項~ 第6項のいずれかに記載の焼結方法。
- 8. 加熱部位を設定しながら断面が一様でない材料を焼結することを特徴とする請求の範囲第1項~第7項のいずれかに記載の焼結方法。

- 9. 通電部分と被焼結部位とを相対的に移動させながら筒状の成形空間を有する型内で粉末を直接通電加圧焼結する装置において、型と被焼結部位を順次移動させる位置制御が可能な昇降ラムを備えていることを特徴とする焼結装置。
- 10 筒状の型内に配置した焼結粉末材料を型の一端部から加圧する荷重制御可能な加圧ラムを備えていることを特徴とする請求の範囲第9項記載の焼結装置。
- 11.型の周囲に配置した通電用電極を押圧するか又は通電板を介して押圧する電極ラムを備えることを特徴とする請求の範囲第9項又は第10項記載の焼結装置。
- 12. 焼結粉末材料を一方向に焼結することを特徴とする請求の範囲第9項~第11項のいずれかに記載の焼結装置。
- 13. 長尺の焼結粉末材料を焼結することを特徴とする請求の範囲第9項 ~ 第11項のいずれかに記載の焼結装置。
- 14. 加熱部位を設定しながら断面が一様でない材料を焼結することを特徴とする請求の範囲第9項~第13項のいずれかに記載の焼結装置。

#### 補正書の請求の範囲

[2004年3月12日(12.03.04) 国際事務局受理:出願当初の請求の範囲 1-4 及び 9 は補正された; 出願当初の請求の範囲 6 及び 14 は取り下げられた;他の請求の範囲は変更なし。]

- 1. (補正後) 筒状の成形空間を有する型内で粉末を直接通電加圧焼結する方法において、通電部分と被焼結部位とを相対的に移動させながら連続的に焼結する際に、筒状の型内に配置した焼結粉末材料を型の端部から加圧するとともに、型の周囲に該型の長さ方向に移動可能な電極を配置し、焼結粉末材料に通電加熱して焼結することを特徴とする焼結方法。
- 2. (補正後) 筒状の成形空間を有する型内で粉末を直接通電加圧焼結する方法において、通電部分と被焼結部位とを相対的に移動させながら連続的に焼結する際に、型の周囲に密着しかつ一軸上で自由に動く空間部を有する電極の接続端子板を設け、該接続端子板によって通電部位を移動させて焼結することを特徴とする焼結方法。
- 3. (補正後) 筒状の成形空間を有する型内で粉末を直接通電加圧焼結する方法において、通電部分と被焼結部位とを相対的に移動させながら連続的に焼結し、加熱部位を設定しながら断面が一様でない材料を焼結することを特徴とする焼結方法。
- 4. (補正後)型の周囲に密着しかつ一軸上で自由に動く空間部を有する電極の接続端子板を設け、該接続端子板によって通電部位を移動させて焼結することを特徴とする請求の範囲第1項又は第3項に記載の焼結方法。
- 5. 焼結粉末材料を型の両端部から加圧することを特徴とする請求の範囲 第1項~第4項のいずれかに記載の焼結方法。
- 6. (削除)

Ĭ.

- 7. 焼結粉末材料を一方向に焼結することを特徴とする請求の範囲第1項 ~ 第6項のいずれかに記載の焼結方法。
- 8. 長尺の焼結粉末材料を焼結することを特徴とする請求の範囲第1項~ 第7項のいずれかに記載の焼結方法。

- 9. (補正後)通電部分と被焼結部位とを相対的に移動させながら筒状の成形空間を有する型内で粉末を直接通電加圧焼結する装置において、型と被焼結部位を順次移動させる位置制御が可能な昇降ラムを備え、加熱部位を設定しながら断面が一様でない材料を焼結することを特徴とする焼結装置。
- 10. 筒状の型内に配置した焼結粉末材料を型の一端部から加圧する荷重制御可能な加圧ラムを備えていることを特徴とする請求の範囲第9項記載の焼結装置。
- 11.型の周囲に配置した通電用電極を押圧するか又は通電板を介して押圧する電極ラムを備えることを特徴とする請求の範囲第9項又は第10項記載の焼結装置。
- 12. 焼結粉末材料を一方向に焼結することを特徴とする請求の範囲第9項~第11項のいずれかに記載の焼結装置。
- 13. 長尺の焼結粉末材料を焼結することを特徴とする請求の範囲第9項 ~第11項のいずれかに記載の焼結装置。
- 14. (削除)

WO 2004/076100 PCT/JP2003/016155

#### 条約19条に基づく説明書

請求の範囲第1-4項及び第9項を補正し、Yカテゴリーに該当せず特許性を有する発明の内容、すなわち筒型の型の端部から加圧すると共に、通電加熱用電極を移動可能とし、また断面が一様でない材料を焼結可能とする構成要件を導入して引用文献との差異を明確にした。また、重複し不要となった同第6項及び第14項削除した。

文献1(特開昭53-120612)は予め粉体を仮焼結しておく必要があり、また側部から加圧するので焼結時に十分な荷重を加えられず、焼結体の緻密化はできない。文献2(特開昭63-108191)は押出しの際の自由端がないため連続的な焼結はできず、また作成済みのブロックの側方押出しに制約されるため緻密化も困難である。文献3(特開昭60-101480)示されるプレスラムは、単なる送り程度の圧力を加えるのみで、緻密化は困難である。文献4(特開昭62-248553)は原材料を一旦溶融させる必要があり、焼結によるプロセスとは全く異なるものである。そして、いずれの文献も本発明の構成要件を具備していない。

10

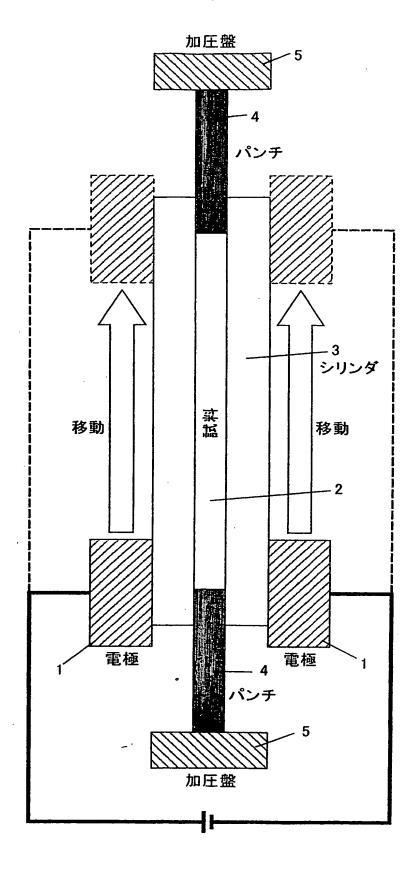
15

20

本発明は、原料と電極とを相対的に移動させながら焼結するもので、製品全体を一度に焼結する必要がないため加熱する領域を小さくすることができ、かつ連続製造が可能であるという優れた効果がある。また断面形状が一様でない部材の焼結体の製造も可能であるという著しい効果を有する。

1/16

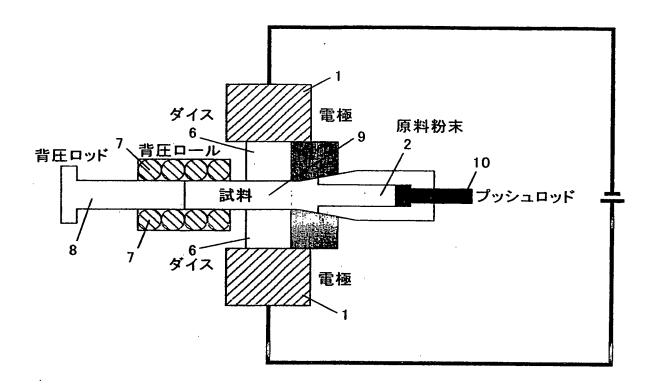
図1



差替え用紙 (規則26)

2/16

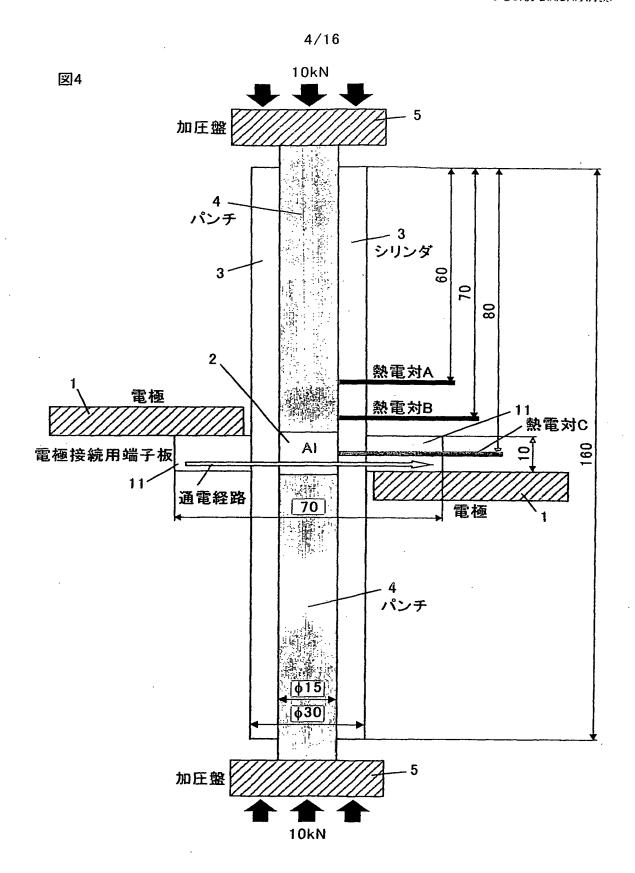
図2



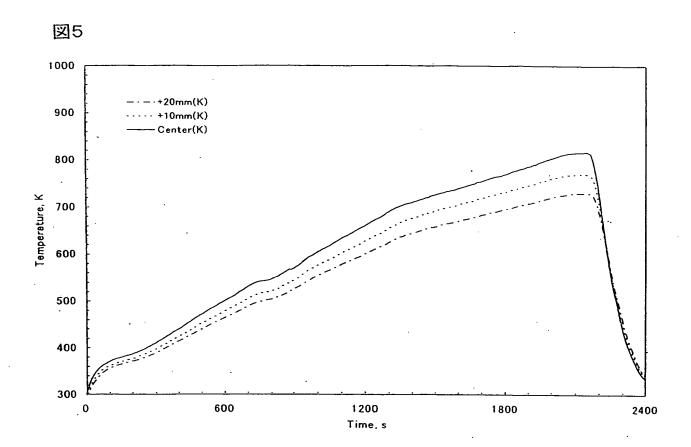
3/16 図3 - 21 加圧用ラム 加圧盤 28 28 30 30 26 26 スペーサ 電極ラム 27 電極ラム 29 加熱領域 原料 粉末 - 23 シリンダ 23 25 パンチ - 22 昇降用ラム

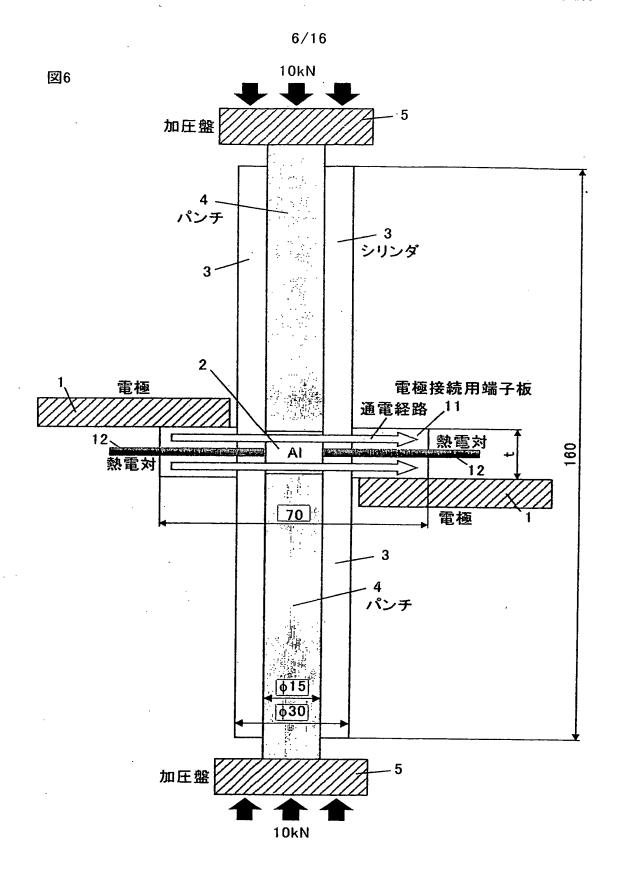
差替え用紙 (規則26)

(



5 / 1 6

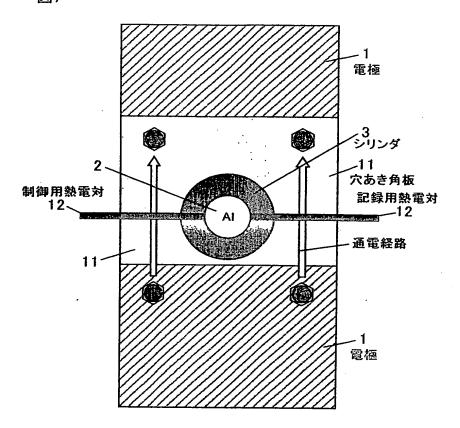




PCT/JP2003/016155

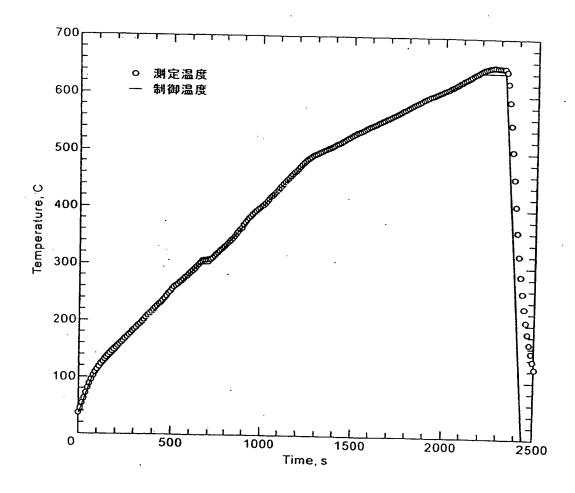
7/16

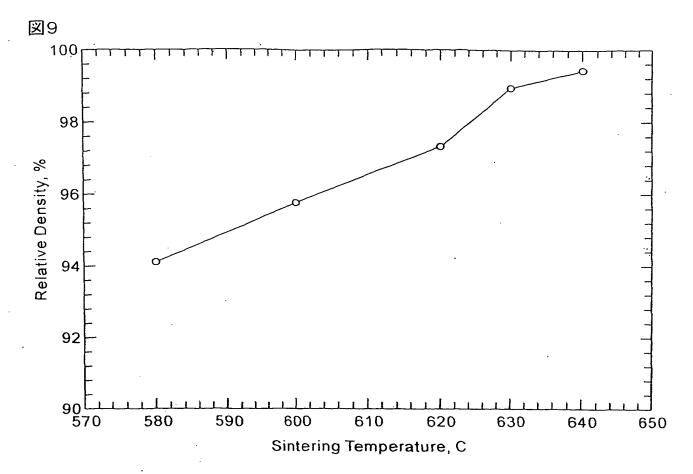
図7



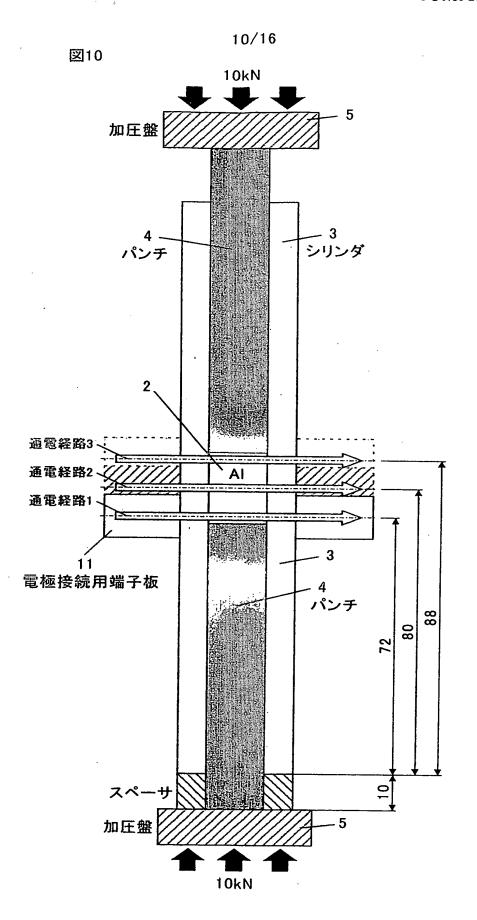
8/16

図8

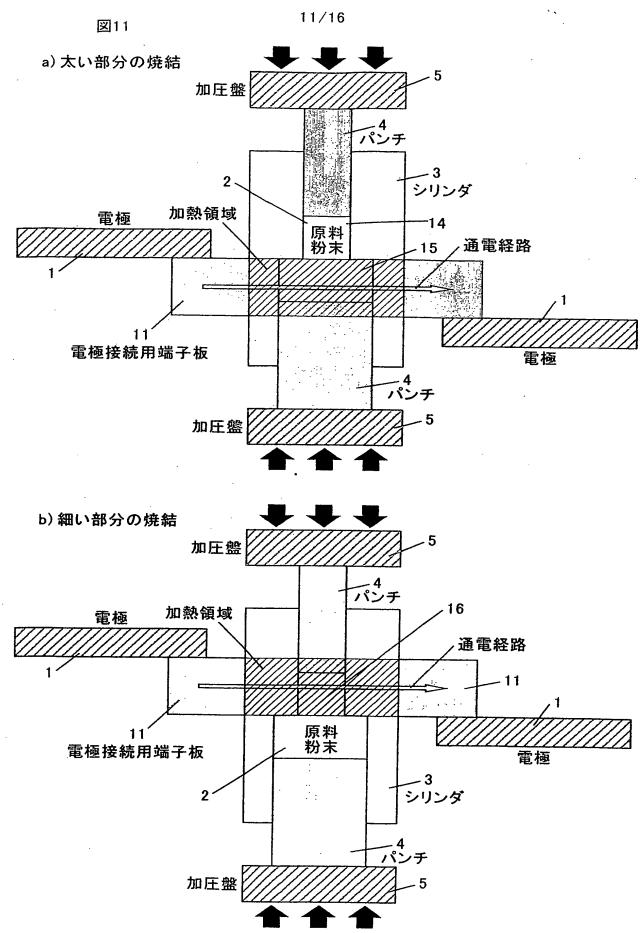




PCT/JP2003/016155

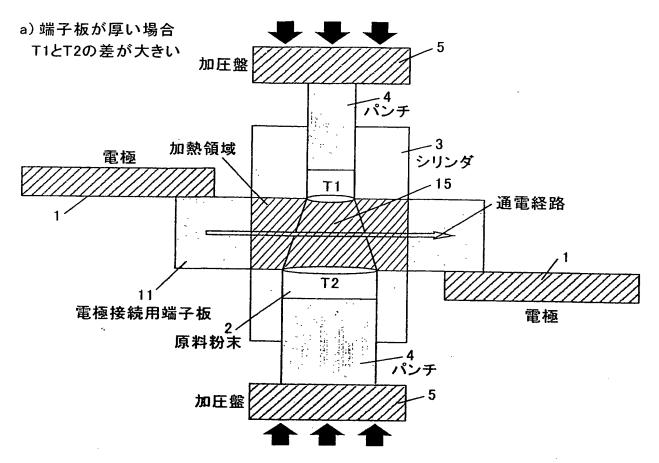


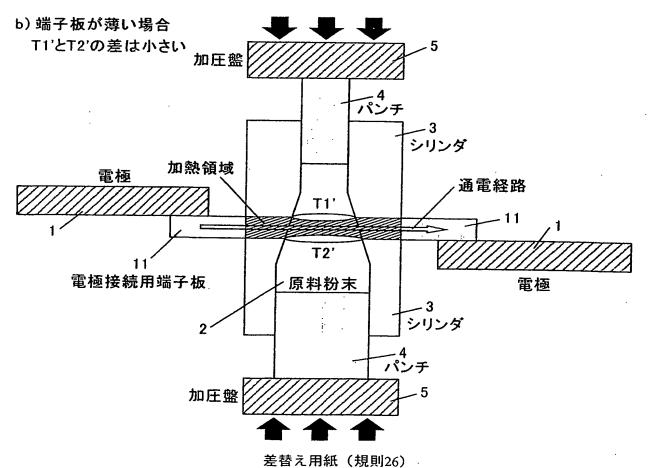
差替え用紙 (規則26)

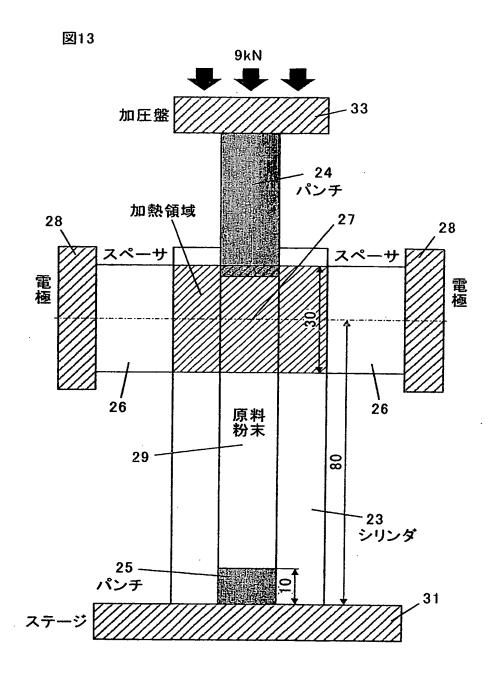


差替え用紙 (規則26)

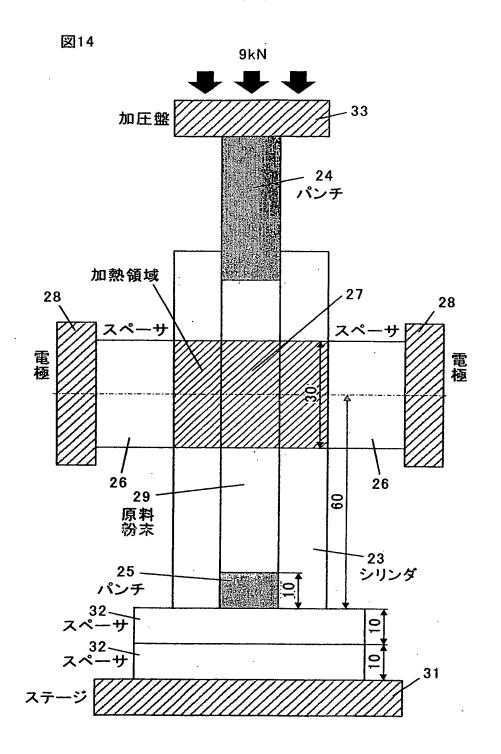
図12



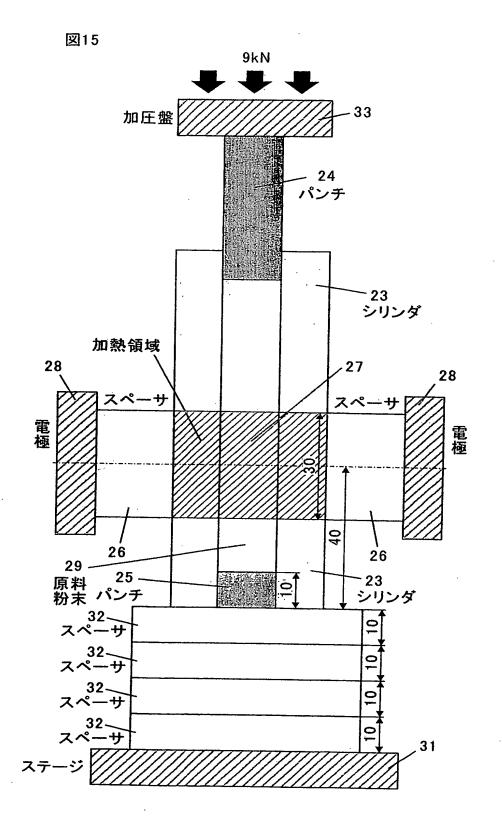




(



PCT/JP2003/016155



PCT/JP2003/016155

